

Metode uji standar untuk bilangan basa produk petroleum dengan titrasi potensiometrik asam perklorat

*Standard Test Method for Base Number of Petroleum Products by
Potentiometric Perchloric Acid Titration*

(ASTM D2896-11, IDT)



© ASTM – All rights reserved

© BSN 2016 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

*"This Standard is identical to **ASTM D2896-11, Standard Test Method for Base Number of Petroleum Products by Potentiometric Perchloric Acid Titration**, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, West Conshohocken PA 19428 USA.
Reprinted by permission of ASTM International."*

*ASTM International has authorized the distribution of this translation of **SNI 8252:2016**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. ASTM neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by ASTM shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without ASTM's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup*	1
2 Acuan normatif	2
3 Istilah dan definisi	2
4 Ringkasan metode uji	3
5 Arti dan kegunaan	3
6 Peralatan	3
7 Pereaksi dan bahan	5
8 Standardisasi pereaksi	7
9 Preparasi sampel	9
10 Preparasi sistem elektroda	9
11 Prosedur A (120 mL)	11
12 Prosedur B (60 mL)	13
13 Pemeriksaan <i>quality control</i>	15
14 Perhitungan	16
15 Pelaporan	17
16 Titrasi balik, Prosedur A (120 mL)	17
17 Titrasi balik, Prosedur B (60 mL)	18
18 Pelaporan hasil titrasi balik	20
19 Presisi dan bias ⁶	20
20 Kata kunci	22
Lampiran (informatif) X1. Lingkup pengujian	23
Lampiran (informatif) X2. Pelarut alternatif	24
Lampiran (informatif) X3. Elektrolit alternatif	27
Lampiran (informatif) X4. Pengecekan unjuk kerja elektroda	28
Ringkasan perubahan	30

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8252:2016, *Metode uji standar untuk bilangan basa produk petroleum dengan titrasi potensiometrik asam perklorat* merupakan SNI baru. SNI ini merupakan adopsi identik dari ASTM D2896-11, *Standard Test Method for Base Number of Petroleum Products by Potentiometric Perchloric Acid Titration*, dengan metode terjemahan.

Tujuan penyusunan SNI metode uji ini adalah untuk memudahkan pengguna dalam memahami metode uji ini sehingga dapat menerapkannya dengan baik dan benar.

Untuk tujuan ini telah dilakukan perubahan editorial yaitu tanda titik telah diganti dengan tanda koma dan sebaliknya untuk penulisan bilangan.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*),
- b) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 08:2007, Penulisan SNI,
- c) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012, Adopsi Standar American Society for Testing and Material menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 75-02 Produk Minyak Bumi, Gas Bumi dan Pelumas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 22-23 November 2012 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, tenaga ahli, asosiasi dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ASTM D2896-11 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.



Metode uji standar untuk bilangan basa produk petroleum dengan titrasi potensiometrik asam perklorat¹

Standard test method for base number of petroleum products by potentiometric perchloric acid titration¹

1 Ruang lingkup*

1.1 Metode uji ini mencakup penentuan konstituen basa dalam produk petroleum dengan titrasi menggunakan asam perklorat dalam asam asetat glasial.

1.2 Prosedur A dan B menggunakan volume pelarut titrasi dan berat sampel yang berbeda.

CATATAN 1 Dalam suatu seri pengujian *round robin* untuk minyak baru dan minyak bekas pakai serta aditif, telah menunjukkan bahwa kedua prosedur memberikan hasil yang sama secara statistik.

1.3 Lampiran X2 menerangkan penggunaan sistem pelarut alternatif yang menggantikan penggunaan klorobenzena dalam metode uji ini. Penggunaan pelarut alternatif secara statistik memberikan hasil yang sama, tetapi presisinya buruk. Paragraf X2.5.5 memberikan panduan untuk membandingkan hasil yang menggunakan dua pelarut yang berbeda.

1.4 Konstituen yang diperkirakan mempunyai sifat basa termasuk basa organik dan anorganik, senyawa amino, garam dari asam lemah (sabun), garam basa dari basa poliasam, dan garam dari logam berat.

¹ Metode uji ini di bawah yurisdiksi dari ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants dan yang bertanggung jawab langsung adalah Subcommittee D02.06 Analysis of Lubricants.

Edisi terakhir disetujui 15 Mei 2011. Dipublikasikan Juli 2011. Aslinya dipublikasikan pada 1970. Edisi terakhir disetujui pada Tahun 2007 sebagai D2896-07a. DOI: 10.1520/D2896-11.

Metode uji ini telah disetujui oleh sponsoring committee dan diterima oleh cooperating societies yang berhubungan dengan prosedur yang diterbitkan.

* Ringkasan Perubahan diberikan pada akhir standar ini.

1 Scope*

1.1 This test method covers the determination of basic constituents in petroleum products by titration with perchloric acid in glacial acetic acid.

1.2 Procedures A and B are different titration solvent volumes and sample weights.

NOTE 1 A round robin on a series of new and used oils and additive concentrates has shown that the two procedures give statistically equivalent results.

1.3 Appendix X2 provides the use of an alternative solvent system which eliminates the use of chlorobenzene in this test method. The use of the alternative solvent gives statistically equivalent results; however, the precision is worse. Paragraph X2.5.5 provides guidance when comparing results using the two different solvents.

1.4 The constituent that may be considered to have basic characteristics include organic and inorganic bases, amino compounds, salts of weak acids (soaps), basic salts of polyacidic bases, and salts of heavy metals.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.06 on Analysis of Lubricants.

Current edition approved May 15, 2011. Published July 2011. Originally approved in 1970. Last previous edition approved in 2007 as D2896-07a. DOI: 10.1520/D2896-11.

This test method has been approved by the sponsoring committees and accepted by the cooperating societies in accordance with established procedures.

* A Summary of Changes section appears at the end of this standard.



CATATAN 2 Metode uji ini dapat digunakan untuk minyak baru dan minyak bekas seperti diuraikan pada Pasal 16, 17 dan 19 dan dalam Lampiran XI.

1.5 Metode uji ini dapat digunakan untuk menentukan bilangan basa >300 mgKOH/g. Namun, pernyataan presisi pada Pasal 19 diperoleh hanya untuk bilangan basa ≤ 300 mgKOH/g.

1.6 Nilai-nilai dinyatakan dalam satuan SI dianggap sebagai standar. Tidak ada satuan pengukuran lain yang digunakan dalam standar ini.

1.7 Standar ini tidak mencakup semua hal mengenai keselamatan, jika ada, yang terkait dengan penggunaannya. Menjadi tanggung jawab pengguna standar ini untuk mengadakan latihan keselamatan dan kesehatan kerja yang tepat dan menentukan penerapan batas-batas peraturan sebelum menggunakan standar ini. Pernyataan bahaya khusus, lihat 7, 10 dan X2.2.

2 Acuan normatif

2.1 Standar-standar ASTM:²

D1193, *Specification for Reagent Water*

3 Istilah dan definisi

3.1 Definisi :

3.1.1

bilangan basa

banyaknya asam perklorat yang dinyatakan dalam jumlah ekuivalen dari miligram kalium hidroksida per gram sampel, yang diperlukan untuk mentitrasi sampel yang dilarutkan dalam pelarut tertentu untuk mencapai titik akhir menggunakan sistem deteksi tertentu.

² Untuk standar ASTM acuan, kunjungi website ASTM, www.astm.org, atau hubungi Pelayanan Konsumen ASTM di service@astm.org. Untuk informasi *Annual Book of ASTM Standards* lihat halaman *Document Summary* di website ASTM.

NOTE 2 This test method is applicable to both fresh oils and used oils as described in Sections 16, 17, and 19 and in the Appendix XI.

1.5 This test method can be used to determined base number >300 mgKOH/g. However, the precision statement in Section 19 has been obtained only on base number ≤ 300 mgKOH/g.

1.6 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.7 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use. For specific hazard statements, see Section 7, section 10 and X2.2.

2 Referenced documents

2.1 ASTM Standards:²

D1193, *Specification for Reagent Water*

3 Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1

base number

the quantity of perchloric acid expressed in terms of the equivalent number of milligrams of potassium hydroxide per gram of sample, required to titrate a sample in a specified solvent to a specified endpoint using a specified detection system.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

4 Ringkasan metode uji

4.1 Sampel dilarutkan dalam campuran bebas air dari klorobenzena dan asam asetat glasial dan dititrasi dengan larutan asam perklorat dalam asam asetat glasial dengan menggunakan titrimeter potensiometrik. Digunakan elektroda indikator gelas dan elektroda acuan, kemudian dihubungkan dengan larutan sampel menggunakan jembatan garam. Pembacaan meter di-plot terhadap masing-masing volume larutan pentitrasi, dan titik akhir diperoleh pada garis belok kurva yang dihasilkan.

4.2 Prosedur A menggunakan 120 mL pelarut titrasi. Prosedur B menggunakan 60 mL pelarut titrasi. Kedua prosedur menggunakan persamaan yang berbeda untuk menghitung perkiraan penimbangan sampel. Sebagian besar metode uji untuk prosedur A maupun prosedur B adalah sama, hanya pada bagian yang berbeda akan diuraikan secara terpisah untuk kedua metode uji ini.

4.3 Terkadang untuk minyak bekas tertentu tidak memberikan garis belok pada titrasi langsung, dalam kasus ini dapat digunakan modifikasi titrasi balik dengan titran larutan natrium asetat.

5 Arti dan kegunaan

5.1 Produk petroleum baru dan bekas dapat mengandung konstituen basa yang berasal dari aditif. Jumlah relatif material ini dapat ditentukan dengan titrasi menggunakan asam. Bilangan basa adalah ukuran dari jumlah senyawa basa dalam minyak, yang diukur pada kondisi pengujian. Kadang-kadang digunakan sebagai ukuran degradasi pelumas dalam pemakaian; dengan ketentuan bahwa batasan bilangan basanya harus ditetapkan secara empiris.

6 Peralatan

6.1 Titrimeter potensiometrik, dengan pencatatan otomatis ataupun manual.

6.2 Elektroda gelas, pH 0 sampai 11, tipe

4 Summary of test method

4.1 The sample is dissolved in an essentially anhydrous mixture of chlorobenzene and glacial acetic acid and titrated with a solution of perchloric acid in glacial acetic acid using potentiometric titrimeter. A glass indicating electrode and a reference electrode are used, the latter being connected with the sample solution by means of a salt bridge. The meter readings are plotted against the respective volumes of titrating solution, and the end point is taken at the inflection in the resulting curve.

4.2 Procedure A uses 120 mL of titration solvent. Procedure B uses 60 mL of titration solvent. In addition, the two procedures use different equations for the calculation of appropriate sample weights. Since many portions of the test method are identical for procedure A and B, only the unique section will be described separately for the two versions of the test method.

4.3 Occasionally certain used oils give no inflection in the forward titration mode, in which case a back titration modification with sodium acetate titrant is employed.

5 Significance and use

5.1 New and used petroleum products can contain basic constituents that are present as additives. The relative amounts of these materials can be determined by titration with acids. The base number is a measure of the amount of basic substance in the oil, always under the conditions of the test. It is sometimes used as measure of lubricant degradation in service; however, any condemning limits must be empirically established.

6 Apparatus

6.1 Potentiometric titrimeters— either automatic recording or manual.

6.2 Glass electrode, pH 0 to 11—general-

umum.

6.3 Elektroda acuan, elektroda acuan perak/perak klorida (Ag/AgCl) dengan jembatan garam nonaqueous seperti diuraikan pada Pasal 10 (lihat juga subpasal 19.1.)

CATATAN 3 Beberapa elektroda acuan dengan diafragma glasiran atau serat dan beberapa kombinasi sistem elektroda gelas dan acuan, yang tersedia secara komersial, misalnya rangkaian elektroda batang gelas tunggal dan perak-perak klorida. Selama pengembangan metode uji ini, penggunaan elektroda jenis ini memberikan permasalahan dalam beberapa laboratorium, tetapi tidak dalam laboratorium lainnya. Sesuai dengan hal tersebut, elektroda jenis ini diijinkan penggunaannya dalam metode uji ini, yang dilengkapi dengan jembatan natrium perklorat, tetapi, apabila dalam penggunaannya menimbulkan permasalahan tentang ketidakstabilan atau yang lain, maka harus digunakan elektroda tipe *sleeve*.

6.4 Pengaduk— mekanikal ataupun elektrik, dengan kecepatan bervariasi dan dengan *propeller* atau *paddle* dari bahan yang tak bereaksi dengan bahan kimia. Apabila digunakan pengaduk elektrik, harus dihubungkan dengan tanah sehingga saat motor dihidupkan atau dimatikan tidak menghasilkan perubahan yang tetap dalam pembacaan meter selama pengerjaan titrasi. Pengaduk magnetik dengan batang pengaduk dapat digunakan asalkan memenuhi kondisi ini.

6.5 Buret, ukuran 10 atau 20 mL dengan pembagian skala 0,05 mL dan terkalibrasi dengan akurasi $\pm 0,02$ mL atau buret otomatis dengan akurasi yang sama.

6.6 Piala titrasi, dibuat dari gelas borosilikat atau piala titrasi lain yang sesuai, disarankan yang berbentuk tinggi.

6.6.1 Untuk prosedur A, gunakan piala berkapasitas 250 atau 300 mL. Untuk prosedur B, gunakan piala berkapasitas 150 mL sehingga 60 mL pelarut titrasi dapat merendam elektroda.

CATATAN 4 piala lain yang ukuran kapasitasnya sesuai dapat digunakan

purpose type.

6.3 Reference electrode— silver/silver chloride (Ag/AgCl) reference electrode with a nonaqueous bridge as described in Section 10. (See also 19.1.)

NOTE 3 Some reference electrodes with fritted or fiber diaphragms and some combined glass plus reference electrodes systems are commercially available, such as the single-rod glass plus silver-silver chloride electrode assembly. During the development of this test method, the use of electrodes of these types gave problems in some laboratories, but not in others. Accordingly, these electrodes are permitted in this test method, provided that the sodium perchlorate bridge is used; however, when stability or other problems arise with their use, the sleeve-type electrode should be used.

6.4 Stirrer—either mechanical or electric, with variable speeds and with propeller or paddle of chemically inert material. When an electrical stirrer is used, it must be grounded so that disconnecting or connecting the power to the motor will not produce a permanent change in meter reading during the course of a titration. A magnetic stirrer with stirring bar can be used provided it meets these conditions.

6.5 Buret, 10 or 20-mL, graduated in 0,05-mL divisions and calibrated with an accuracy of $\pm 0,02$ mL, or an automatic buret of similar accuracy.

6.6 Titration beaker, made of borosilicate glass or other suitable titration beaker, tall form recommended.

6.6.1 For procedure A, use a beaker of 250 or 300 mL capacity. For procedure B, use a beaker of about 150 mL capacity such that 60 mL of titration solvent will cover the electrodes.

NOTE 4 Other beakers of suitable size capacity may be used.

6.7 Standar titrasi, yang sesuai untuk menyangga piala, elektroda, pengaduk, dan buret. Diinginkan pengaturan yang memungkinkan pengambilan piala tanpa mengganggu elektroda, buret dan pengaduk.

CATATAN 5 Beberapa peralatan mungkin sensitif terhadap gangguan listrik statis, ditunjukkan oleh gerakan jarum pencatat atau indikator meter, saat perangkat titrasi (piala dan elektroda) didekati oleh operator. Dalam hal ini, piala diselubungi rapat dengan silinder ram tembaga yang dihubungkan dengan ground.

7 Pereaksi dan bahan

7.1 Kemurnian pereaksi — Bahan kimia kelas pereaksi harus digunakan untuk semua uji. Jika tidak ditentukan, semua pereaksi harus memenuhi spesifikasi dari *Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society*, dimana spesifikasi tersebut tersedia.³ Kelas lain dapat digunakan asal dapat dipastikan bahwa pereaksi tersebut mempunyai kemurnian yang cukup tinggi untuk dapat digunakan tanpa mengurangi akurasi dari penetapan.

7.2 Kemurnian air — Jika tidak ditentukan, acuan untuk air harus disesuaikan untuk pereaksi air seperti ditentukan pada spesifikasi D1193 Tipe I, II, atau III.

7.3 Asam asetat glasial (**Peringatan**—beracun dan iritan)

7.4 Anhidrida Asam Asetat (**Peringatan**—beracun dan iritan).

7.5 Klorobenzena (**Peringatan**—beracun dan iritan).

³ *Reagent Chemicals American Chemical Society Specification*, American Chemical Society Washington DC. Untuk pereaksi pengujian yang tidak terdaftar pada *the American Chemical Society*, lihat *Analar Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., dan *the United States Pharmacopeia and National Formulary*, U.S. Pharmaceutical Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

6.7 Titration stand, suitable to support the beaker, electrodes, stirrer, and buret. An arrangement that allows for the removal of the beaker without disturbing the electrodes, buret, and stirrer is desirable.

NOTE 5 Some apparatus may be sensitive to interference by static electricity, shown by erratic movements of recorder pen or meter indicator, when the titration assembly (beaker and electrodes) is approached by the operator. In this case surround the beaker closely with a cylinder of copper gauze that is electrically grounded.

7 Reagents and materials

7.1 Purity of reagent — Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless other-wise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available.³ Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

7.2 Purity of water — Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean reagent water that meets the requirement of either Type I, II, or III of Specification D1193.

7.3 Acetic Acid, glacial (**Warning**—Toxic and irritant).

7.4 *Acetic Anhydride* (**Warning** — Toxic and irritant).

7.5 Chlorobenzene (**Warning** — Toxic and irritant).

³ Reagent chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Analar Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopeia and National Formulary*, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

7.6 Larutan standar asam perklorat dalam asam asetat (0,1 N)⁴ (**Peringatan**— oksidan kuat bila dalam keadaan kering atau dipanaskan. Tindakan sangat hati-hati harus dilakukan, untuk menghindari terjadinya kontak dengan zat organik pada kondisi yang kemudian menyebabkan pengeringan atau pemanasan, dan tumpahan harus segera dicuci dengan air secara menyeluruh) —Campurkan 8,5 mL asam perklorat 70 sampai 72% (HClO₄, 70 sampai 72 %) (atau 10,2 mL larutan HClO₄ 60 sampai 62 %) dengan 500 mL asam asetat glasial dan 30 mL (atau 35 mL bila digunakan larutan HClO₄ 60 sampai 62 %) anhidrida asetat. Encerkan menjadi 1 L dengan asam asetat glasial. Biarkan larutan selama 24 jam.

CATATAN 6 Kelebihan anhidrida asetat harus dihindari untuk mencegah asetilasi dari amina primer atau sekunder yang mungkin ada di dalamnya.

7.7 Kalium hidrogen ptalat — (KHC₈H₄O₄)

7.8 Elektrolit natrium perklorat — (**Peringatan** : Natrium perklorat adalah beracun dan iritan, dan juga bahan oksidator kuat bila dipanaskan. Tindakan sangat hati-hati harus dilakukan untuk menghindari terjadinya kontak dengan zat organik pada kondisi yang kemudian menyebabkan pengeringan atau pemanasan, dan tumpahan harus segera dicuci dengan air secara menyeluruh.) Siapkan larutan jenuh natrium perklorat (NaClO₄) dalam asam asetat glasial. Kelebihan NaClO₄ yang tidak larut harus selalu terdapat di bagian dasar larutan.

7.9 Pelarut titrasi — Tambahkan satu bagian volume asam asetat glasial ke dalam dua bagian volume klorobenzena.

7.10 Natrium karbonat, anhidrat (Na₂CO₃)

⁴ Penjualan secara komersial sudah dipersiapkan.

7.6 Perchloric acid, standard solution in acetic acid (0,1 n)⁴ (**Warning**— Powerful oxidant when dry or heated. Great care should be taken to avoid contact with organic matter under conditions that may result in subsequent drying or heating, and spills should be washed immediately and thoroughly with water) — Mix 8,5 mL of 70 to 72 % perchloric acid (HClO₄, 70 to 72 %) (or 10,2 mL of 60 to 62% HClO₄ solution) with 500 mL of glacial acetic and 30 mL (or 35 mL if the 60 to 62 % HClO₄ solution is used) of acetic anhydride. Dilute to 1 L with glacial acetic acid. Allow the solution to stand for 24 h.

NOTE 6 Excess acetic anhydride should be avoided to prevent acetylation of any primary or secondary amines that may be present.

7.7 *Potassium* hydrogen phthalate — (KHC₈H₄O₄).

7.8 Sodium perchlorate electrolyte — (**Warning** : Sodium perchlorate is toxic and an irritant. It is also a powerful oxidizing agent when heated. Great care should be taken to avoid contact with organic matter under conditions that may result in subsequent drying or heating, and spills should be washed immediately and thoroughly with water). Prepare a saturated solution of sodium perchlorate (NaClO₄) in glacial acetic acid. An excess of undissolved NaClO₄ shall always be present at the bottom of the solution.

7.9 Titration solvent — Add one volume of glacial acetic acid to two volumes of chlorobenzene.

7.10 Sodium carbonate, *anhydrous* (Na₂CO₃)

⁴ Available commercially for purchase already prepared.

7.11 Larutan natrium asetat, 0,1 N dalam asam asetat (untuk titrasi balik, lihat Pasal 16 dan 17) – Larutkan 5,3 g Na_2CO_3 anhidrat dalam 300 mL asam asetat glasial. Encerkan menjadi 1 L dengan asam asetat setelah pelarutan sempurna.

7.11 Sodium acetate solution, 0,1 N in acetic acid (for back titration, see Section 16 and 17) – Dissolve 5,3 g of anhydrous Na_2CO_3 in 300 mL of glacial acetic acid. Dilute to 1 L with acetic acid after solution is complete.

8 Standardisasi pereaksi

8 Standardization of reagents

8.1 Larutan asam perklorat – Standardisasi larutan asam perklorat (HClO_4) berbeda untuk dua prosedur, sebagai berikut:

8.1 Perchloric acid solution – The standardization of the perchloric acid solution (HClO_4) differs for the two procedure as follows:

8.1.1 Prosedur A (120 mL) – Panaskan sejumlah kalium hidrogen ftalat dalam oven pada 120 °C selama 2 jam dan biarkan dingin. Timbang 0,1 sampai 0,2 g kalium hidrogen ftalat dengan ketelitian 0,1 mg dan larutkan dalam 40 mL asam asetat glasial hangat. Tambahkan 80 mL klorobenzena, kemudian dinginkan, dan titrasi dengan larutan HClO_4 0,1 N, gunakan sistem elektroda dan prosedur yang diberikan dalam Subpasal 10.1 sampai 10.4 dan 11.4 sampai 11.7. Tentukan titik akhir dengan menggunakan prosedur yang sama untuk penentuan bilangan basa (lihat Subpasal 14.2). Lakukan juga titrasi blanko terhadap 40 mL asam asetat glasial ditambah 80 mL klorobenzena (lihat Subpasal 11.8).

8.1.1 Procedure A (120 mL) – Heat a quantity of potassium hydrogen phthalate in an oven at 120 °C for 2 h and allow it to cool. Take 0,1 to 0,2 g of the potassium hydrogen phthalate weighed to the nearest 0,1 mg and dissolve it in 40 mL of warm glacial acetic acid. Add 80 mL of chlorobenzene, cool, and titrate with 0,1 N HClO_4 solution, using the electrode system and procedures given in 10.1 to 10.4 and 11.4 to 11.7. Detect the end point by the same procedure used for base number determination (see 14.2). Carry out a blank titration on 40 mL of glacial acetic acid plus 80 mL of chlorobenzene (see 11.8).

8.1.2 Prosedur B (60 mL) – Panaskan sejumlah kalium hidrogen ftalat dalam oven pada 120 °C selama 2 jam dan biarkan dingin. Timbang 0,05 sampai 0,1 g kalium hidrogen ftalat dengan ketelitian 0,1 mg dan dilarutkan dalam 20 mL asam asetat glasial hangat. Tambahkan 40 mL klorobenzena, kemudian dinginkan, dan titrasi dengan larutan HClO_4 0,1 N, seperti yang diuraikan dalam subpasal 8.1.1. Lakukan juga titrasi blanko terhadap 20 mL asam asetat glasial ditambah 40 mL klorobenzena (lihat 11.8).

8.1.2 Procedure B (60 mL) – Heat a quantity of potassium hydrogen phthalate in an oven at 120 °C for 2 h and allow it to cool. Take 0,05 to 0,1 g of the potassium hydrogen phthalate weighed to the nearest 0,1 mg and dissolve it in 20 mL of warm glacial acetic acid. Add 40 mL of chlorobenzene, cool, and titrate with 0,1 N HClO_4 solution as described in 8.1.1. Carry out a blank titration on 20 mL of glacial acetic acid plus 40 mL of chlorobenzene (see 11.8).

8.1.3 Hitung normalitas, N_A , dari larutan HClO_4 sebagai berikut :

8.1.3 Calculate the normality, N_A , of the HClO_4 solution as follows:

$$N_A = 1000W / [204,23 \cdot (V-b)] \quad (1)$$

$$N_A = 1000W / [204,23 \cdot (V-b)] \quad (1)$$

keterangan :

W = kalium hidrogen ftalat, g

where:

W = potassium hydrogen phthalate, g,



V = larutan HClO_4 yang digunakan, mL dan
 b = volume sesuai dengan V untuk titrasi balik, mL.

CATATAN 7 Karena koefisien muai volumetrik dari cairan organik relatif besar, larutan HClO_4 dalam asam asetat harus digunakan dalam $\pm 5^\circ\text{C}$ dari temperatur pada saat standardisasi. Bila dilakukan pada temperatur lebih dari 5°C di atasnya, kalikan volume yang digunakan dengan faktor $1-(t \cdot 0,001)$. Bila dilakukan pada temperatur lebih dari 5°C di bawahnya, kalikan volume yang digunakan dengan faktor $1+(t \cdot 0,001)$ dimana t adalah perbedaan temperatur dalam $^\circ\text{C}$ antara temperatur standardisasi dengan temperatur penggunaan dan perbedaannya selalu positif.

8.2 Larutan natrium asetat — Standardisasi larutan natrium asetat (Na_2CO_3) menggunakan dua prosedur yang berbeda, sebagai berikut :

8.2.1 Prosedur A (120 mL) — Gunakan 120 mL pelarut titrasi dan 8,00 mL larutan HClO_4 0,1 N. Titrasi dengan larutan natrium asetat 0,1 N, menggunakan sistem elektroda dan prosedur yang diberikan pada subpasal 10.1 sampai 10.4 dan 11.4 sampai 11.7. Tentukan titik akhir dengan prosedur yang digunakan untuk menentukan bilangan basa (lihat Subpasal 14.2). Hitung normalitas, N_B , dari larutan natrium asetat sebagai berikut :

$$N_B = [(8.00-b)N_A]/G$$

(2)

keterangan :

b = volume yang sesuai dengan V untuk titrasi blanko,
 N_A = normalitas larutan HClO_4 , dan
 G = volume larutan standar natrium asetat yang digunakan dalam standardisasi, mL.

8.2.2 Prosedur B (60 mL) — Gunakan 60 mL pelarut titrasi dan 4,00 mL larutan HClO_4 0,1 N. Lakukan titrasi seperti yang diuraikan dalam 8.2.1. Hitung normalitas, N_B , dari larutan natrium asetat sebagai berikut :

$$N_B = [(4.00-b)N_A]/G$$

(3)

keterangan :

b = volume yang sesuai dengan V untuk titrasi blanko, mL.

V = HClO_4 solution used, mL and
 b = volume corresponding to V for the back titration, mL.

NOTE 7 Because of the relatively large coefficient of volumetric expansion of organic liquids, the acetic HClO_4 solution should be used within $\pm 5^\circ\text{C}$ of the temperature at which it was standardized. If used at a temperature more than 5°C higher, multiply the volume used by the factor $1 - (t \cdot 0,001)$. If used at a temperature more than 5°C lower, multiply the volume used by the factor $1 + (t \cdot 0,001)$, where t is the difference in degree Celsius between temperatures if standardization and use and is always positive.

8.2 Sodium acetate solution—The standardization of the sodium acetate solution (Na_2CO_3) differs for the two procedures as follows:

8.2.1 Procedure A (120 mL) — Use 120 mL of titration solvent and 8,00 mL of 0,1 N HClO_4 solution. Titrate with 0,1 N sodium acetate solution, using the electrode system and procedure given in 10.1 to 10.4 and 11.4 to 11.7. Detect the end point by the same procedure as will be used for base number determination (see 14.2). Calculate the normality, N_B , of the sodium acetate solution as follows:

$$N_B = [(8.00-b)N_A]/G$$

(2)

where:

b = volume corresponding to V for the blank titration,
 N_A = normality of the HClO_4 solution, and
 G = volume of standard sodium acetate used in the standardization, mL.

8.2.2 Procedure B (60 mL) — Use 60 mL of titration solvent and 4,00 mL of 0,1 N HClO_4 solution. Titrate as described in 8.2.1. Calculate the normality, N_B , of the sodium acetate solution as follows:

$$N_B = [(4.00-b)N_A]/G$$

(3)

where:

b = volume corresponding to V for the blank titration, mL.

N_A = normalitas larutan HClO_4 , dan
 G = volume larutan standar natrium asetat yang digunakan dalam standardisasi, mL.

N_A = normality of the HClO_4 solution, and
 G = volume of standard sodium acetate used in the standardization, mL.

9 Preparasi sampel

9.1 Preparasi sampel sangat penting untuk memastikan bahwa sampel telah mewakili, karena adanya endapan yang dapat bersifat asam atau basa atau dapat menyerap material asam atau basa dari sampel. Jika perlu, sampel dihangatkan untuk membantu pencampuran. Minyak bekas harus dikocok kuat untuk memastikan homogenitas sebelum pengambilan sampel.

CATATAN 8 Karena minyak bekas dapat berubah sifat dalam penyimpanan, sampel harus diuji secepatnya setelah diambil dari sistem pelumasan, tanggal pengambilan dan pengujian, jika diketahui, harus dicatat.

9 Preparation of sample

9.1 It is essential to ensure that the sample is representative since any sediment can be acidic or basic or have adsorbed acidic or basic material from the sample. When necessary, samples are warmed to aid mixing. Used oils should be vigorously shaken to ensure homogeneity before sampling.

NOTE 8 As used oils can change appreciably in storage, samples should be tested as soon as possible after removal from the lubricating system and the dates of sampling and testing, if known, should be noted.

10 Preparasi sistem elektroda

10.1 Preparasi elektroda — Apabila elektroda akan diganti dari jembatan *aqueous* ke *nonaqueous*, keluarkan larutan *aqueous*, cuci semua kristal KCl dengan air, kemudian bilas bagian luar jaket (jembatan garam) beberapa kali dengan larutan elektrolit NaClO_4 . Isi bagian luar jaket dengan larutan elektrolit NaClO_4 sampai lubang pengisian. Apabila menggunakan elektroda tipe *sleeve*, pindahkan dengan hati-hati *ground glass sleeve* dan bersihkan secara menyeluruh kedua permukaan bagian bawah. Ganti *sleeve* yang telah longgar dan biarkan beberapa tetes elektrolit mengalirinya untuk membasahi sambungan *ground glass* dan untuk membasahi bagian permukaan *ground* dengan elektrolit. Pasang *sleeve* dengan kuat pada tempatnya, isi kembali bagian luar jaket dengan larutan elektrolit NaClO_4 dan bilas elektroda dengan klorobenzena. Saat digunakan, ketinggian elektrolit dalam elektroda acuan dijaga berada di atas cairan dalam piala titrasi untuk mencegah masuknya kontaminan ke dalam jembatan garam. Saat tidak digunakan, isi elektroda acuan dengan larutan elektrolit NaClO_4 , biarkan sumbat di dalam lubang pengisian, dan rendam kedua elektroda di dalam akuades, jaga agar ketinggian elektrolit

10 Preparation of electrode system

10.1 Preparation of electrodes — When the electrode is to be changed from aqueous bridge to nonaqueous, drain out the aqueous solution, wash out all crystals of KCl with water, then rinse the outer jacket (salt bridge) several times with NaClO_4 electrolyte solution. Finally fill the outer jacket with NaClO_4 electrolyte solution up to the filling hole. When using the sleeve-type electrode, carefully remove the ground-glass sleeve and thoroughly wipe both ground surfaces. Replace the sleeve loosely and allow a few drops of electrolyte to drain through to flush the ground-glass joint and to wet the ground surfaces thoroughly with electrolyte. Set the sleeve firmly in place, refill the outer jacket with the NaClO_4 electrolyte solution, and rinse the electrode with chlorobenzene. When in use, the electrolyte level in the reference electrode should be kept above that of the liquid in the titration beaker to prevent entry of contaminants into the salt bridge. When not in use, fill the reference electrode with the NaClO_4 electrolyte solution, leave the bung in the filling orifice, and immerse both electrodes in distilled water, keeping the level of the electrolyte above that of the distilled water.

berada di atas akuades.

10.2 Pengujian elektroda — Uji meter elektroda kombinasi pada saat pertama kali akan digunakan atau pemasangan elektroda baru, dan uji kembali dalam interval setelah digunakan sebagai berikut :

10.2.1 Prosedur A — Celupkan elektroda ke dalam campuran 100 mL asam asetat glasial ditambah 0,2 g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ yang teraduk dengan baik dan catat pembacaan meter. Siram elektroda dengan klorobenzena dan rendam dalam 100 mL asam asetat glasial yang ditambah 1,5 mL larutan HClO_4 0,1 N. Perbedaan pembacaan sekurang-kurangnya 0,3 V.

10.2.2 Prosedur B — Celupkan elektroda ke dalam campuran 60 mL asam asetat glasial ditambah 0,1 g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ yang teraduk dengan baik dan catat pembacaan meter. Siram elektroda dengan klorobenzena dan rendam dalam 50 mL asam asetat glasial yang ditambah 0,75 mL larutan HClO_4 0,1 N. Perbedaan pembacaan sekurang-kurangnya 0,3 V.

CATATAN 9 Lihat Lampiran X4 prosedur yang mungkin untuk memeriksa unjuk kerja elektroda

10.3 Pencucian elektroda — Pencucian elektroda dilakukan dengan cara, pertama cuci elektroda dengan pelarut titrasi untuk menghilangkan sisa-sisa material yang berminyak yang melekat pada elektroda. Selanjutnya cuci elektroda dengan air untuk melarutkan NaClO_4 yang mungkin terbentuk pada sleeve elektroda acuan dan untuk mengembalikan lapisan *aqueous gel* elektroda gelas. Cuci lagi dengan pelarut titrasi. Sebelum memulai serangkaian titrasi sampel, ikuti prosedur pencucian, kemudian lakukan pekerjaan titrasi blanko terhadap pelarut sebanyak satu atau dua kali untuk mengkondisikan elektroda. Ulangi titrasi blanko bila diperlukan.

10.4 Perawatan elektroda — Apabila elektroda gelas terkontaminasi, dapat dibersihkan dengan merendamnya dalam asam kromat dingin (**Peringatan** — Korosif dan karsinogenik) atau larutan pembersih alternatif non-kromium yang merupakan asam oksidator kuat selama 5 menit,

10.2 Testing of electrodes — Test the meter-electrode combination when first put into use or when new electrodes are installed and retest at intervals thereafter as follows:

10.2.1 Procedure A — Dip the electrodes into a well-stirred mixture of 100 mL of glacial acetic acid plus 0,2 g of $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ and record the reading given by the meter. Rinse the electrodes with chlorobenzene and immerse in 100 mL of glacial acetic acid plus 1,5 mL of 0,1 N HClO_4 solution. The difference between readings is to be at least 0,3 V.

10.2.2 Procedure B — Dip the electrodes into a well-stirred mixture of 60 mL of glacial acetic acid plus 0,1 g of $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ and record the reading vein by the meter. Rinse the electrodes with chlorobenzene and immerse in 50 mL of glacial acetic acid plus 0,75 mL of 0,1 N HClO_4 solution. The difference between readings is to be at least 0.3 V.

NOTE 9 See Appendix X4 for a possible procedure to check the electrode performance.

10.3 Cleaning of electrodes — Following a titration, first wash the electrodes with titration solvent to remove any adhering oily material from the previous titration. Then wash the electrodes with water to dissolve any NaClO_4 that may have formed around the sleeve of the reference electrode and to restore the aqueous gel layer of the glass electrode. Rinse again with the titration solvent. Before starting a series of sample titrations, follow this rinsing procedure, then run one or two blank titrations on the solvent to condition the electrodes. Repeat the blank titrations if necessary.

10.4 Maintenance of electrodes — When there is reason to believe that the glass electrode has become contaminated, it can be cleaned by immersion in cold chromic acid (**Warning** — Corrosive and carcinogenic) or an alternative non-chromium-containing strongly-oxidizing acid

dilanjutkan pencucian dengan air. Setelah pembersihan, uji elektroda seperti diuraikan pada Subpasal 10.2. Elektroda acuan dapat dibersihkan dengan menguras dan mengisi kembali menggunakan larutan NaClO_4 yang baru dibuat. Jaga agar ketinggian elektrolit dalam elektroda acuan selalu berada di atas cairan dalam piala titrasi. Jangan biarkan elektroda terendam dalam pelarut titrasi untuk waktu yang cukup lama diantara titrasi berikutnya. Walaupun elektroda tidak terlalu rapuh, rawat dengan baik sepanjang waktu dan terutama hindari terjadinya gurat pada elektroda gelas.

cleaning solution for 5 min, followed by thorough water washing. After this cleaning treatment, test the electrodes as described in 10.2. The reference electrode can be cleaned by draining and refilling with fresh NaClO_4 solution. Maintain the electrolyte level in the reference electrode above that of the liquid in the titration beaker at all times. Do not allow the electrodes to remain immersed in titration solvent for any appreciable period of time between titrations. While the electrodes are not extremely fragile, handle them carefully at all times and particularly avoid scratching the glass electrode.

11 Prosedur A (120 mL)

11.1 Hitung jumlah sampel yang diperlukan dari bilangan basa yang diharapkan, *BN*, sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \text{Perkiraan berat sampel, g} &= 28/\text{BN yang diharapkan} & (4) \\ \text{Approximate weight of sample, g} &= 28/\text{expected BN} & (4) \end{aligned}$$

CATATAN 10 Untuk prosedur titrasi balik (lihat Subpasal 16.2) mungkin perlu menggunakan berat sampel yang lebih kecil.

11 Procedure A (120 mL)

11.1 Calculate the quantity of sample required from its expected base number, *BN*, as follows:

NOTE 10 - For the back titration procedure (see 16.2) it may be necessary to use a smaller sample weight.

11.1.1 Timbang sampel ke dalam piala titrasi, gunakan batasan seperti berikut. Maksimum sebanyak 20 g harus diambil untuk analisa.

11.1.1 Weight the sample into the titration beaker, applying the limits shown as follows. A maximum of 20 g should be taken for analysis.

Berat sampel, g	Presisi penimbangan, g	Sample weight, g	Precision of Weighing, g
10 sampai 20	0,05	10 to 20	0,05
5 sampai 10	0,02	5 to 10	0,02
1 sampai 5	0,005	1 to 5	0,005
0,25 sampai 1,0	0,001	0,25 to 1,0	0,001
0,1 sampai 0,25	0,000 5	0,1 to 0.25	0,000 5

11.2 Tambahkan 120 mL pelarut titrasi ke dalam sampel.

11.2 Add 120 mL of titration solvent to the sample.

11.3 Tempatkan piala pada standar titrasi dan aduk larutan sampai sampel melarut.

11.3 Place the beaker on the titration stand and stir the solution until the sample is dissolved.

CATATAN 11 Apabila pelarutan sampel ternyata sulit, larutkan dalam 80 mL klorobenzena di dalam piala titrasi, kemudian tambahkan 40 mL asam asetat glasial.

NOTE 11 If solution of the sample proves difficult, dissolve it in 80 mL of chlorobenzene in the titration beaker, then add 40 mL of glacial acetic acid. Many used oils contain some solid

Kebanyakan minyak bekas mengandung bahan padatan yang tidak larut. Keadaan ini sering ditemukan.

11.4 Siapkan elektroda seperti petunjuk dalam Subpasal 10.1, 10.2, dan 10.3. Atur posisi elektroda dalam larutan sehingga elektroda terendam sedalam mungkin. Lanjutkan pengadukan selama penentuan ini pada kecepatan tertentu untuk menghasilkan gerakan yang kuat tanpa terjadi percikan dan tanpa mengakibatkan udara masuk ke dalam larutan. Atur meter sehingga terbaca pada bagian atas skala milivolt, misalnya 700 mV. Untuk meter yang sederhana tanpa pengaturan ini, penting untuk menggabungkan sumber potensial secara seri dengan elektroda. Dapat juga digunakan sel kering 1,5-V dan pembagi potensial

11.5 Isi buret dengan larutan HClO_4 0,1 N dan tempatkan buret pada rangkaian peralatan titrasi, hati-hati jangan sampai ujung buret terendam di bawah permukaan cairan dalam piala. Catat pembacaan volume awal buret dan meter (potensial sel).

11.6 Titrasi :

11.6.1 Titrasi manual – Tambahkan sejumlah kecil titran yang sesuai dan tunggu sampai pembacaan potensial tetap didapatkan (CATATAN 12), lalu catat pembacaan buret dan meter. Bila pada awal titrasi dan bagian *subsequent* (infleksi), penambahan titran 0,1 mL menghasilkan perubahan potensial lebih dari 0,03 V (sebanding dengan 0,5 unit skala pH), maka penambahan titran dikurangi menjadi 0,05 mL. Pada bagian *intermediate* (*plateaus*) dimana penambahan titran 0,1 mL menghasilkan perubahan potensial kurang dari 0,03 V, tambahkan titran lebih banyak untuk menghasilkan perubahan potensial total sama atau tidak lebih dari 0,03 V. Titrasi diteruskan sampai terjadi perubahan potensial kurang dari 0,005 V (sebanding dengan 0,1 unit skala pH) per 0,1 mL.

CATATAN 12 Potensial sel dinyatakan konstan apabila perubahannya kurang dari 0,005 V/menit.

11.6.2 Titrasi dengan pencatatan otomatis

materials that will not dissolve. This is a frequently observed condition.

11.4 Prepare the electrodes as directed in 10.1, 10.2, and 10.3. Position the electrodes in the solution so that they are immersed as far as possible. Continue stirring throughout the determination at a rate sufficient to produce vigorous agitation without spattering and without stirring air into the solution. Adjust the meter so that it reads in the upper part of the millivolt scale; for example, 700 mV. For simple meters without this adjustment, it is necessary to incorporate a source of potential in series with the electrode. A 1,5-V dry cell and potential divider is suitable.

11.5 Fill the buret with 0,1 N HClO_4 solution and place the buret in position in the titration assembly, taking care that the tip is immersed below the level of the liquid in the beaker. Record the initial buret and meter (cell potential) readings.

11.6 Titration:

11.6.1 Manual titration – Add suitable small portions of titrant and, after waiting until a constant potential has been established (NOTE 12), record the buret and meter readings. At the start of the titration and in any subsequent regions (inflections) where 0,1 mL of titrant consistently produces a total change of more than 0,03 V (corresponding to 0,5 pH scale unit) in the cell potential, add 0,05-mL portions. In the intermediate regions (*plateaus*) where 0,1 mL increments change the potential by less than 0,03 V, add large portions sufficient to produce a total potential change approximately equal to, but not greater than, 0,03 V. Titrate in this manner until the potential changes less than 0,005 V (corresponding to 0,1 pH scale unit) per 0,1 mL.

NOTE 12 Consider the cell potential constant when it changes less than 0,005 V/min.

11.6.2 Automatic recording titration —

— Atur peralatan sesuai dengan petunjuk dari pabrikan dan atur kecepatan titrasi maksimum 1,0 mL/menit.

Adjust the instrument in accordance with the manufacturer's instructions and set the titration speed at 1,0 mL/min maximum.

11.7 Setelah selesai titrasi, pindahkan piala dan cuci elektroda dan ujung buret dengan pelarut titrasi, kemudian dengan air, selanjutnya dengan pelarut titrasi lagi (lihat Subpasal 10.3). Simpan elektroda dalam air bila tidak digunakan (lihat Subpasal 10.1).

11.7 On completion of the titration, remove the beaker and rinse the electrodes and buret tip with titration solvent, then with water, then again with titration solvent (see 10.3). Store in water when not in use (see 10.1).

11.8 Untuk tiap set sampel lakukan titrasi blanko menggunakan 120 mL pelarut titrasi. Untuk titrasi manual tambahkan larutan HClO_4 0,1 N dalam setiap penambahan volume 0,05 mL, tunggu di antara setiap penambahan hingga pembacaan potensial sel tetap. Catat pembacaan meter dan buret setiap penambahan volume. Ikuti prosedur dalam 11.6.2 untuk titrasi otomatis.

11.8 For each set of samples make a blank titration using 120 mL of titration solvent. For a manual titration add 0.1 N HClO_4 solution in 0.05-mL increments, waiting between each addition until a constant cell potential is established. Record meter and buret readings after each increment. Follow the procedur in 11.6.2 for an automatic titration.

12 Prosedur B (60 mL)

12 Procedure B (60 mL)

12.1 Hitung jumlah sampel yang diperlukan dari bilangan basa yang diharapkan, *BN*, sebagai berikut:

12.1 Calculate the quantity of sample required from its expected base number, *BN*, as follows:

$$\begin{aligned} \text{Perkiraan berat sampel, g} &= 10/\text{BN yang diharapkan} & (5) \\ \text{Approximate weight of sample, g} &= 10/\text{expected BN} & (5) \end{aligned}$$

CATATAN 13 Untuk prosedur titrasi balik (lihat subpasal 17.2) dapat menggunakan berat sampel yang lebih kecil.

NOTE 13 For the back titration procedure (see 17.2) it may be necessary to use a smaller sample weight.

12.1.1 Timbang sampel ke dalam piala titrasi, gunakan batasan sebagai berikut. Maksimum sebanyak 10 g harus diambil untuk analisa.

12.1.1 Weight the sample into the titration beaker, applying the limits shown as follows. A maximum of 10 g should be taken for analysis.

Berat sampel, g	Presisi penimbangan, g	Sample weight, g	Precision of weighing, g
5 sampai 10	0,02	5 to 10	0,02
1 sampai 5	0,005	1 to 5	0,005
0,25 sampai 1,0	0,001	0,25 to 1,0	0,001
0,1 sampai 0,25	0,000 5	0,1 to 0,25	0,000 5

CATATAN 14 Untuk Prosedur B, diperlukan perhatian yang lebih besar dalam memperoleh ketelitian penimbangan, khususnya bagi sampel yang mempunyai bilangan basa tinggi dimana diperlukan penimbangan sampel yang kecil.

NOTE 14 It is especially important for Procedure B that great care be exercised in obtaining accurate weights particularly for the high base number samples which require small sample weights.

12.2 Tambahkan 60 mL pelarut titrasi ke dalam sampel.

12.2 Add 60 mL of titration solvent to the sample.

12.3 Tempatkan sampel pada standar titrasi dan aduk larutan sampai sampel melarut

12.3 Place the sample on the titration stand and stir the solution until the sample is dissolved.

CATATAN 15 Apabila pelarutan sampel ternyata sulit, larutkan dalam 40 mL klorobenzena di dalam piala titrasi, kemudian tambahkan 20 mL asam asetat glasial.

NOTE 15 If solution of the sample proves difficult, dissolve it in 40 mL of chlorobenzene in the titration beaker, then add 20 mL of glacial acetic acid.

12.4 Siapkan elektroda seperti petunjuk dalam Subpasal 10.1, 10.2, dan 10.3. Atur posisi elektroda dalam larutan sehingga elektroda terendam sedalam mungkin. Lanjutkan pengadukan selama penetapan ini pada kecepatan tertentu untuk menghasilkan gerakan yang kuat tanpa terjadi percikan dan tanpa mengakibatkan udara masuk ke dalam larutan. Atur meter sehingga terbaca pada bagian atas skala milivolt, misalnya 700 mV. Untuk meter yang sederhana tanpa pengaturan ini, penting untuk menggabungkan sumber potensial secara seri dengan elektroda. Dapat juga digunakan sel kering 1,5-V dan pembagi potensial.

12.4 Prepare the electrodes as directed in 10.1, 10.2, and 10.3. Position the electrodes in the solution so that they are immersed as far as possible. Continue stirring throughout the determination at a rate sufficient to produce vigorous agitation without spattering and without stirring air into the solution. Adjust the meter so that it reads in the upper part of the millivolt scale; for example, 700 mV. For simple meters without this adjustment, it is necessary to incorporate a source of potential in series with the electrode. A 1,5-V dry cell and potential divider is suitable.

12.5 Isi buret dengan larutan HClO_4 0,1 N dan tempatkan buret pada rangkaian peralatan titrasi, hati-hati jangan sampai ujung buret terendam di bawah permukaan cairan dalam piala. Catat pembacaan volume awal buret dan meter (potensial sel).

12.5 Fill the buret with 0,1 N HClO_4 solution and place the buret in position in the titration assembly, taking care that the tip is immersed below the level of the liquid in the beaker. Record the initial buret and meter (cell potential) readings.

12.6 Titrasi:

12.6 Titration:

12.6.1 Titrasi manual— Tambahkan sejumlah kecil titran yang sesuai dan, tunggu sampai pembacaan potensial tetap didapatkan (CATATAN 11), lalu catat pembacaan buret dan meter. Apabila pada awal titrasi dan bagian *subsequent* (infleksi), penambahan titran 0,1 mL menghasilkan perubahan potensial lebih dari 0,03 V (sebanding dengan 0,5 unit skala pH), maka penambahan titran dikurangi menjadi 0,05 mL. Pada bagian *intermediate* (*plateaus*) dimana penambahan titran 0,1 mL menghasilkan perubahan potensial kurang dari 0,03 V, tambahkan volume titran lebih banyak untuk menghasilkan perubahan potensial total sama atau tidak lebih dari 0,03 V. Titrasi diteruskan sampai terjadi perubahan potensial kurang dari 0,005 V (sebanding dengan 0,1 unit skala pH) per

12.6.1 Manual titration— Add suitable small portions of titrant and, after waiting until a constant potential has been established (NOTE 12), record the buret and meter readings. At the start of the titration and in any subsequent regions (inflections) where 0,1 mL of titrant consistently produces a total change of more than 0,03 V (corresponding to 0,5 pH scale unit) in the cell potential, add 0,05-mL portions. In the intermediate regions (plateaus) where 0,1 mL increments change the potential by less than 0,03 V, add large portions sufficient to produce a total potential change approximately equal to, but not greater than, 0,03 V. Titrate in this manner until the potential changes less than 0,005 V (corresponding to 0,1 pH scale unit) per 0,1 mL.

0,1 mL.

12.6.2 Titrasi dengan pencatatan otomatis — Atur peralatan sesuai dengan petunjuk dari pabrikan dan atur kecepatan titrasi maksimum 1,0 mL/menit.

12.7 Setelah selesai titrasi, pindahkan piala dan cuci elektroda dan ujung buret dengan pelarut titrasi, kemudian dengan air, selanjutnya dengan pelarut titrasi lagi (lihat Subpasal 10.3). Simpan elektroda di dalam air bila tidak digunakan (lihat Subpasal 10.1).

12.8 Untuk tiap set sampel lakukan titrasi blanko menggunakan 120 mL pelarut titrasi. Untuk titrasi manual tambahkan larutan HClO_4 0,1 N dalam setiap penambahan volume 0,05 mL, tunggu diantara setiap penambahan hingga pembacaan potensial sel tetap. Catat pembacaan meter dan buret setiap penambahan volume. Ikuti prosedur dalam 12.6.2 untuk titrasi otomatis.

13 Pemeriksaan *quality control*

13.1 Konfirmasikan unjuk kerja peralatan atau prosedur setiap hari dalam penggunaannya, dengan menganalisa sampel *quality control* (QC). Disarankan untuk menganalisa sampel QC tambahan seperti sampel lainnya, misalnya pada akhir pemeriksaan sekumpulan sampel atau setelah pemeriksaan sejumlah sampel tertentu. Analisa dari hasil pengujian sampel QC dapat dilakukan dengan teknik *control chart*⁵. Apabila hasil pengujian sampel QC melebihi batas kendali laboratorium, tindakan korektif mungkin diperlukan, misalnya recalibrasi peralatan.

⁵ ASTM MNL 7, *Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis, Section 3: Control Charts for Individuals*, 6th ed, ASTM International, W. Conshohocken, PA.

12.6.2 Automatic recording titration — Adjust the instrument in accordance with the manufacturer's instructions and set the titration speed at 1,0 mL/min maximum.

12.7 On completion of the titration, remove the beaker and rinse the electrodes and buret tip with titration solvent, then with water, then again with titration solvent (see 10.3). Store in water when not in use (see 10.1).

12.8 For each set of samples make a blank titration using 60 mL of titration solvent. For a manual titration add 0,1 N HClO_4 solution in 0,05-mL increments, waiting between each addition until a constant cell potential is established. Record meter and buret readings after each increment. Follow the procedure in 12.6.2 for an automatic titration.

13 Quality control checks

13.1 Confirm the performance of the equipment or the procedure each day it is in use, by analyzing a quality control (QC) sample. It is advisable to analyze additional QC samples as appropriate, such as at the end of a batch of samples or after a fixed number of samples. Analysis of result (s) from these QC samples can be carried out using control chart techniques.⁵ When the result of a test on QC sample exceeds the control limits of the laboratory, corrective action such as instrument recalibration, may be required.

⁵ ASTM MNL 7, *Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis, Section 3: Control Charts for Individuals*, 6th ed, ASTM International, W. Conshohocken, PA.

Material sampel QC yang cukup harus tersedia untuk masa penggunaan tertentu, dan harus homogen serta stabil pada kondisi penyimpanan yang terkendali. Bila mungkin, sampel QC harus mewakili tipikal sampel yang dianalisa dan nilai rata-rata serta batas kendali dari sampel QC harus ditetapkan sebelum pemantauan proses pengukuran. Presisi sampel QC harus dibandingkan dengan presisi yang diberikan pada bagian Presisi dan Bias dalam metode ini untuk memverifikasi bahwa peralatan berfungsi dengan benar.

CATATAN 16 Bilangan basa dapat berubah selama sampel QC disimpan, jika terjadi hasil yang menyimpang, maka kestabilan sampel QC dapat menjadi sumber kesalahan.

14 Perhitungan

14.1 Untuk titrasi manual, plot volume asam yang ditambahkan terhadap pembacaan meter.

14.2 Tentukan titik akhir grafik yang diperoleh dari titrasi manual atau titrasi otomatis. Titik akhir adalah titik tengah dari infleksi, dimana kurva berubah dari cekung ke cembung. Petunjuk yang berguna tapi tidak mandatori adalah titik akhir didahului dan diikuti oleh lonjakan potensial paling kecil 50 mV/0,1 mL titran.

14.3 Bila tidak terdapat atau titik infleksi kurang tajam, lanjutkan ke Pasal 16 atau Pasal 17 untuk titrasi balik. Infleksi yang diperoleh selama titrasi balik terutama untuk memenuhi kriteria yang diuraikan dalam subpasal 14.2.

14.4 Hitung bilangan basa, *BN*, sebagai berikut :

$$BN, \text{ mg KOH/g} = [(E - F) \cdot N_A \cdot 56.1]/S \quad (6)$$

keterangan :

E = larutan HClO₄ yang digunakan untuk titrasi sampel sampai titik infleksi pada kurva titrasi, mL,

F = volume yang sesuai dengan *E* untuk titrasi blanko pada potensial yang sama dengan sampel, mL

N_A = normalitas larutan HClO₄, dan

S = sampel, g.

An ample supply of QC sample material shall be available for the intended period of use, and shall be homogeneous and stable under the anticipated storage conditions. If possible, the QC shall be representative of samples typically analyzed and average value and control limits of the QC sample shall be determined prior to monitoring the measurement process. The precision for the QC sample must be compared against that given in the Precision and Bias section of this method in order to verify that the instrument is functioning correctly.

NOTE 16 Because the base number can vary while the QC sample is in storage, when an out-of-control situation arises, the stability of the QC sample can be a source of the error.

14 Calculation

14.1 For a manual titration, plot the volumes of the acid added against the corresponding meter readings.

14.2 Interpret the end point from the graph obtained from the manual or automatic titration. The end point is midpoint of the inflection, that point at which the curve changes from concave to convex. An useful but not mandatory guide is that the end point is preceded and followed by a deflection of a least 50 mV /0,1 mL of titrant.

14.3 When there is no inflection point or only a very poor one, proceed to Section 16 or Section 17 on back titration. The inflection obtained during back titration preferably is to meet the criteria described in 14.2.

14.4 Calculate the base number, *BN*, as follows:

$$BN, \text{ mg KOH/g} = [(E - F) \cdot N_A \cdot 56.1]/S \quad (6)$$

where:

E = HClO₄ solution used to titrate the sample to the inflection point on the titration curve, mL,

F = volume corresponding to *E* for blank titration at same potential as sample, mL

N_A = normality of HClO₄ solution, and

S = sample, g.

15 Pelaporan

15.1 Laporkan hasil sebagai berikut :

Bilangan Basa (D2896—Prosedur A atau B)=Hasil (7)

Bentuk laporan ini mungkin tidak dapat digunakan apabila menggunakan pelarut alternatif seperti yang diuraikan dalam Lampiran X2. Sebagai pengganti, gunakan format dalam X2.4.

15.2 Laporkan nilai bilangan basa sampai ketelitian 0,1 mgKOH/g jika kurang dari 100, dan sampai ketelitian 1 mgKOH/g jika lebih besar dari atau sama dengan 100.

15 Report

15.1 Report the result as follows:

Base Number (D2896 Procedure A or B)=Result (7)

This report format may not be used when using the alternative solvent described in Appendix X2. Instead, use the format described in X2.4.

15.2 Report the base number values less than 100 to 0,1 mg KOH/g, and values 100 or greater to 1 mg KOH/g.

16 Titration balik, Prosedur A (120 mL)

16.1 Beberapa minyak bekas tidak memberikan titik infleksi atau kurang tajam dengan metode uji yang diuraikan pada Pasal 11. Bila keadaan ini dijumpai, metode uji modifikasi berikut ini dapat digunakan. Dalam metode uji modifikasi ini, larutan standar HClO_4 ditambahkan berlebihan ke dalam sampel, kemudian kelebihan larutan HClO_4 dititrasi balik dengan larutan standar natrium asetat.

16.2 Timbang dengan akurat sejumlah sampel sesuai yang ditetapkan dalam Subpasal 11.1 ke dalam piala titrasi (Lihat Catatan 17).

CATATAN 17 Ukuran sampel untuk modifikasi titrasi balik tidak boleh lebih dari 5 g. Bila dengan 5-g sampel tidak ditemukan titik infleksi, kurangi ukuran sampel menjadi 3 g dan ulangi analisisnya. Pengurangan ukuran sampel umumnya menambah kejelasan titik infleksi. Akan tetapi, harus dicatat bahwa kerja sama yang menghasilkan pernyataan presisi (lihat Subpasal 19.2) menggunakan ukuran sampel maksimum 5 g.

16.3 Larutkan sampel dalam 80 mL klorobenzena dan tambahkan 40 mL asam asetat.

16.4 Gunakan buret volumetrik atau pipet volumetrik untuk menambahkan 8,00 mL larutan standar HClO_4 0,1 N dengan akurat

16 Back titration, Procedure A (120 mL)

16.1 Some used oils give no inflection point or only a very poor one with the test method described in Section 11. When this situation is encountered, the following modified test method may be used. In this modified test method, excess standard HClO_4 solution is added to the sample, then excess HClO_4 solution is back titrated with standard sodium acetate solution.

16.2 Accurately weigh the amount of sample specified in 11.1 into the titration beaker. (See Note 17.)

NOTE 17 The sample size for the back titration modification does not exceed 5 g. When with a 5-g sample, no inflection point is found, reduce the sample size to 3 g and repeat the analysis. Reducing the sample size generally improves the clarity of the inflection point. However, it should be noted that the cooperative work that led to the precision statement (see 19.2) employed a sample size of 5 g maximum.

16.3 Dissolve the sample in 80 mL of chlorobenzene and add 40 mL of acetic acid.

16.4 Use a volumetric buret or pipet to add accurately 8,00 mL of standard 0,1 N HClO_4 solution to the beaker. (The standard HClO_4

ke dalam piala. (Larutan standar HClO_4 harus berlebihan. Bila perlu, tambahkan lebih dari 8,00 mL, dan koreksi sesuai dengan (subpasal 16.7))

16.5 Aduk isi piala selama 2 menit.

16.6 Titrasi larutan HClO_4 yang tidak ternetralkan dengan larutan standar natrium asetat 0,1 N. Lakukan titrasi dengan cara yang sama seperti diuraikan pada Pasal 11. Untuk titrasi balik, titik awal dimulai dalam rentang dari 0 sampai 100 mV.

16.7 Tanpa menimbang sampel yang terpisah dan melakukan titrasi sesuai prosedur pada Subpasal 16.6, prosedur titrasi balik dapat digunakan untuk sampel yang sudah dititrasi seperti dalam 11.1 sampai 11.6.2, apabila ukuran sampel tidak lebih dari 5 g (lihat Catatan 17). Apabila dari titrasi langsung tidak mendapatkan titik infleksi yang nyata, catat volume larutan standar HClO_4 yang digunakan, kemudian lanjutkan dengan prosedur Subpasal 16.6. Standardisasi (8.2.1) harus dimodifikasi untuk menyesuaikan dengan volume larutan standar HClO_4 .

16.8 Hitung bilangan basa, *BN*, sebagai berikut :

$$BN, \text{ mg KOH/g} = [(G - H) \cdot N_B \cdot 56.1] / S \quad (8)$$

keterangan:

G = volume larutan standar natrium asetat yang digunakan dalam standardisasi, mL (lihat 8.2.1 atau 8.2.2)

N_B = normalitas larutan natrium asetat

H = volume larutan standar natrium asetat yang digunakan dalam titrasi balik sampel, mL dan

S = berat sampel, g.

17 Titrasi balik, Prosedur B (60 mL)

17.1 Beberapa minyak bekas tidak memberikan titik infleksi atau kurang tajam dengan metode uji yang diuraikan pada Pasal 12. Bila keadaan ini dijumpai, metode uji modifikasi berikut ini dapat digunakan. Dalam metode uji modifikasi ini, larutan standar HClO_4 ditambahkan berlebihan ke dalam sampel, kemudian kelebihan larutan

solution must be in excess. If necessary, add more than 8,00 mL and correct accordingly (16.7).)

16.5 Stir the contents of the beaker for 2 min.

16.6 Titrate the unneutralized HClO_4 solution with standard 0,1 N sodium acetate solution. Carry out the titration in the same manner as described in Section 11. For the back titration, the starting point will be in the range from 0 to 100 mV.

16.7 Instead of weighing out a separate sample and proceeding through 16.6, the back titration procedure can be used on a sample being titrated as in 11.1 to 11.6.2, provided that the sample size did not exceed 5 g (see Note 17). When it is apparent from the forward titration that a satisfactory inflection is not present, note the volume of standard HClO_4 solution used, then proceed with 16.6. The standardization (8.2.1) should be modified to coincide with the volume of standard HClO_4 solution.

16.8 Calculate the base number, *BN*, as follows:

$$BN, \text{ mg KOH/g} = [(G - H) \cdot N_B \cdot 56.1] / S \quad (8)$$

where:

G = volume of standard sodium acetate used in the standardization, mL (see 8.2.1 or 8.2.2)

N_B = normality of the sodium acetate solution

H = volume of standard sodium acetate used in the sample back titration, mL, and

S = weight of sample, g.

17 Back titration, Procedure B (60 mL)

17.1 Some used oils give no inflection point or only a very poor one with the test method described in Section 12. When this situation is encountered, the following modified test method may be used. In this modified test method, excess standard HClO_4 solution is added to the sample, then excess HClO_4

HClO₄ dititrasi balik dengan larutan standar natrium asetat.

solution is back titrated with standard sodium acetate solution.

17.2 Timbang dengan akurat sejumlah sampel sesuai yang ditetapkan dalam Subpasal 12.1 ke dalam piala titrasi (Lihat Catatan 18).

17.2 Accurately weigh the amount of sample specified in 12.1 into the titration beaker. (See Note 18).

CATATAN 18 Ukuran sampel untuk modifikasi titrasi balik tidak boleh lebih dari 2,5 g. Bila dengan 2,5-g sampel tidak ditemukan titik infleksi, kurangi ukuran sampel menjadi 1,5 g dan ulangi analisisnya. Pengurangan ukuran sampel umumnya menambah kejelasan titik infleksi.

NOTE 18 The sample size for the back titration modification does not exceed 2,5 g. When with a 2,5-g sample, no inflection point is found, reduce the sample size to 1,5 g and repeat the analysis. Reducing the sample size generally improves the clarity of the inflection point.

17.3 Larutkan sampel dalam 40 mL klorobenzena dan tambahkan 20 mL asam asetat.

17.3 Dissolve the sample in 40 mL of chlorobenzene and add 20 mL of acetic acid.

17.4 Gunakan buret volumetrik atau pipet volumetrik untuk menambahkan 4,00 mL larutan standar HClO₄ 0,1 N dengan akurat ke dalam piala. (Larutan standar HClO₄ harus berlebihan. Bila perlu, tambahkan lebih dari 4,00 mL, dan koreksi sesuai dengan (17.7).).

17.4 Use a volumetric buret or pipet to add accurately 4,00 mL of standard 0,1 N HClO₄ solution to the beaker. (The standard HClO₄ solution must be in excess. If necessary, add more than 4,00 mL and correct accordingly (17.7).).

17.5 Aduk isi piala selama 2 menit.

17.5 Stir the contents of the beaker for 2 min.

17.6 Titrasi larutan HClO₄ yang tidak ternetralkan dengan larutan standar natrium asetat 0,1 N. Lakukan titrasi dengan cara yang sama seperti diuraikan pada Pasal 12. Untuk titrasi balik, titik awal dimulai dalam rentang dari 0 sampai 100 mV.

17.6 Titrate the unneutralized HClO₄ solution with standard 0,1 N sodium acetate solution. Carry out the titration in the same manner as described in Section 12. For the back titration, the starting point will be in the range from 0 to 100 mV.

17.7 Tanpa menimbang sampel yang terpisah dan melakukan titrasi sesuai prosedur pada Subpasal 17.6, prosedur titrasi balik dapat digunakan untuk sampel yang sudah dititrasi seperti dalam 12.1 sampai 12.6.2, apabila ukuran sampel tidak lebih dari 2,5 g (lihat Catatan 18). Apabila dari titrasi langsung tidak mendapatkan titik infleksi yang nyata, catat volume larutan standar HClO₄ yang digunakan, kemudian lanjutkan dengan prosedur Subpasal 17.6. Standardisasi (8.2.2) harus dimodifikasi untuk menyesuaikan dengan volume larutan standar HClO₄.

17.7 Instead of weighing out a separate sample and proceeding through 17.6, the back titration procedure can be used on a sample being titrated as in 12.1 to 12.6.2, provided that the sample size did not exceed 2,5 g (see Note 18). When it is apparent from the forward titration that a satisfactory inflection is not present, note the volume of standard HClO₄ solution used, then proceed with 17.6. The standardization (8.2.2) should be modified to coincide with the volume of standard HClO₄ solution.

17.8 Hitung bilangan basa, *BN*, seperti diuraikan pada Subpasal 16.8.

17.8 Calculate the base number as described in 16.8.



Tabel 1 - Ketelitian turunan awal dari distribusi logaritma
Table 1 - Preliminary precision derived from log distribution

	perak/perak klorida Silver/Silver Chloride	Gelas/Kalomel Glass/Calomel
Repeatability	0,004*X	0,013*X
keterangan : X adalah nilai rata-rata sedikitnya 2 penentuan where: X is the mean of at least two determinations		

18 Pelaporan hasil titrasi balik

18.1 Laporkan hasil sebagai berikut :

Bilangan Basa cara Titrasi Balik (D2896 – Prosedur A atau B) = Hasil

19 Presisi dan bias ⁶

19.1 Presisi awal⁷— *Repeatability* awal dari metode uji ini menggunakan elektroda perak/perak-klorida acuan yang telah diketahui untuk menjadi sama atau lebih baik dari pada menggunakan elektroda acuan yang ditetapkan dalam metode uji yang digunakan saat ini. Hasil pendahuluan diperlihatkan pada Tabel 1. Subkomite akan terus menentukan presisi dalam lima tahun ke depan.

19.2 Prosedur A (120 mL):

19.2.1 Presisi dari metode uji ini seperti ditetapkan dengan uji statistik dari hasil antar laboratorium sebagai berikut (lihat Catatan 15 dan Catatan 17) :

19.2.1.1 *Repeatability* — Perbedaan antara dua hasil uji, yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, dalam kondisi operasi tetap, dengan material uji sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus:

⁶ Data pendukung telah disimpan di Kantor Pusat *ASTM International*, dan bisa diperoleh dengan memesan *Research Report* RR:D02-1011 and RR:D02-1237.

⁷ Repeatability awal dalam Tabel 1 diperoleh dari satu laboratorium yang menggunakan empat pengukuran masing-masing empat sampel dengan batasan bilangan basa sampai 17.

18 Report of result for back titrations

18.1 Report the result as follows:

Base Number by Back Titration (D2896 – Procedure A or B) = Result

19 Precision and bias ⁶

19.1 *Preliminary Precision*⁷— Preliminary repeatability of this test method using a silver/silver chloride reference electrode has been found to be equal to or better than using the reference electrode specified in the current test method. Preliminary results appear in Table 1. The subcommittee will continue to determine the precision within the next five years.

19.2 Procedure A (120 mL):

19.2.1 The precision of this test method as determined by statistical examination of interlaboratory results is as follows (see Note 15 and Note 17) :

19.2.1.1 *Repeatability* — The difference between two test results, obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:

⁶ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR: D02-1011 and RR: D02-1237.

⁷ The preliminary repeatability in Table 1 was obtained from one laboratory using four measurements each of four samples with base numbers ranging up to 17.

	% rata-rata		% of Mean
Semua minyak dengan titrasi langsung	3	All oils with forward titration	3
Minyak bekas yang menggunakan titrasi balik	24	Used oils requiring back titration	24

CATATAN 19 Karena tidak tersedia cukup data dari studi tahun 1986 untuk menetapkan presisi prosedur titrasi balik untuk minyak bekas, data presisi titrasi balik ini diperoleh dalam studi tahun 1972. Studi kooperatif yang baru direncanakan dalam menentukan presisi titrasi balik menggunakan peralatan modern.

NOTE 19 Since there were insufficient data from the 1986 cooperative study in determine the precision for the back titration procedure for used oils, the back titration precision data are those obtained in the 1972 study. A new cooperative study is planned to determine the back titration precision using modern instrumentation.

19.2.1.2 Reproducibility — Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus:

19.2.1.2 Reproducibility — The difference between two single and independent results obtained by different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only one case in twenty.

	% rata-rata		% of Mean
Semua minyak dengan titrasi langsung	7	All oils with forward titration	7
Minyak bekas yang menggunakan titrasi balik	32	Used oils requiring back titration	32

CATATAN 20 Rentang nilai bilangan basa untuk nilai presisi yang telah ditetapkan, diberikan pada Lampiran XI.

NOTE 20 The ranges of base number values for which these precision values were established are given in Appendix XI.

19.2.2 Bias — Prosedur dalam metode uji D2896 untuk pengukuran bilangan basa tidak mempunyai bias karena bilangan basa hanya dapat ditentukan dalam istilah metode uji ini.

19.2.2 Bias — This procedure in Test Method D2896 for measuring base numbers has no bias because the base numbers can be defined only in terms of the test method.

19.3 Prosedur B (60 mL):

19.3 Procedure B (60 mL):

19.3.1 Presisi dari metode uji ini seperti ditetapkan dengan uji statistik dari hasil antar laboratorium sebagai berikut (lihat Catatan 15 dan Catatan 17) :

19.3.1 The precision of this test method as determined by statistical examination of interlaboratory results is as follows (see Note 15 and Note 17) :

19.3.1.1 Repeatability — Perbedaan antara dua hasil uji, yang diperoleh dari operator yang sama dengan peralatan yang sama dalam kondisi operasi tetap, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua

19.3.1.1 Repeatability — The difference between two test results, obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:



puluh kasus:

	% rata-rata		% of Mean
Semua minyak dengan titrasi langsung	5	All oils with forward titration	5

19.3.1.2 *Reproducibility* — Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus:

19.3.1.2 *Reproducibility* — The difference between two single and independent results obtained by different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only one case in twenty.

	% rata-rata		% of Mean
Semua minyak dengan titrasi langsung	7	All oils with forward titration	7

19.3.2 Bias — Prosedur dalam metode uji D2896 untuk pengukuran bilangan basa tidak mempunyai bias karena bilangan basa hanya dapat ditentukan dalam istilah metode uji ini.

19.3.2 Bias — This procedure in Test Method D2896 for measuring base numbers has no bias because the base numbers can be defined only in terms of the test method.

20 Kata kunci

20.1 bilangan basa; asam perklorat; produk petroleum; titrasi potensiometrik.

20 Keywords

20.1 base number; perchloric acid; petroleum products; potentiometric titration.

Lampiran
(informatif)
X1. Lingkup pengujian

Appendixes
(Nonmandatory Information)
X1. Test coverage

X1.1 Selama pengembangan metode uji asli (Prosedur A) dan metode uji untuk pengurangan volume pelarut titrasi (Prosedur B), pengujian kooperatif telah dilakukan untuk sampel dengan lingkup yang luas dari jenis-jenis minyak, konsentrat aditif yang digunakan untuk pembuatan minyak ini, dan pemakaian minyak. Namun demikian, tidak mungkin mencakup keseluruhan rentang bilangan basa. Dapat dipercaya bahwa interpolasi dan ekstrapolasi yang beralasan dari rentang yang digunakan tidak akan menyebabkan kesalahan presisi yang serius.

X1.2 Rentang yang digunakan untuk presisi sebagai berikut :

X1.2.1 Minyak baru — Bilangan basa dari 6 sampai 70

X1.2.2 Konsentrat aditif— Bilangan basa dari 5 sampai 300

X1.2.3 Minyak bekas yang menggunakan titrasi langsung — bilangan basa dari 5 sampai 27.

X1.1 During the developments of the original test method (Procedure A) and the test method for the reduced titration solvent volume (Procedure B), cooperative testing was done on samples covering a wide range of types of oils, of additive concentrates which are used to prepare these oils, and of services for the oils. Even so, however, it was not possible to cover the complete range of base numbers. It is believed that reasonable interpolation and extrapolation from the ranges used will not introduce serious errors in the precision.

X1.2 The ranges used for the precision were as follows:

X1.2.1 Fresh oils — Base numbers from 6 to 70.

X1.2.2 Additive Concentrates — Base numbers from 5 to 300

X1.2.3 Used oils on which were employed the forward titration — Base numbers from 5 to 27.



Lampiran
(informatif)
X2. Pelarut alternatif

X2.1 Untuk menghilangkan klorobenzena dari metode uji ini, pelarut alternatif telah dikembangkan. Pengujian kooperatif telah dilakukan untuk sampel dengan lingkup yang luas dari jenis-jenis minyak, baik baru maupun bekas, konsentrat aditif yang digunakan untuk pembuatan minyak ini. Hasilnya menunjukkan bahwa kedua pelarut secara statistik memberikan hasil yang sama; akan tetapi, presisi yang diperoleh dari pelarut alternatif memberikan hasil yang lebih rendah dari aslinya. Paragraf X2.5.5 menggambarkan bagaimana membandingkan hasil yang menggunakan dua pelarut yang berbeda

X2.2 Pereaksi

X2.2.1 Xylena, campuran (**Peringatan** : Mudah menyala, Uap berbahaya)

X2.2.2 Pelarut titrasi alternatif — Tambahkan satu volume asam asetat glasial ke dalam dua volume silena campuran

X2.3 Prosedur

X2.3.1 Prosedur A pada Metode Uji ini diikuti dengan tepat, kecuali silena campuran menggantikan klorobenzena dan pelarut titrasi alternatif menggantikan pelarut titrasi.

CATATAN X2.1 Penambahan sekitar 10% volume aseton ke dalam pelarut titrasi alternatif telah menunjukkan pengurangan bunyi elektroda dan dapat digunakan. Namun, presisi metoda uji yang menggunakan penambahan aseton ke pelarut titrasi alternatif belum ditetapkan.

X2.4 Pelaporan

X2.4.1 Laporkan hasil sebagai berikut :

Bilangan Basa (Metode Uji D2896 – Pelarut Alternatif, X2) = Hasil

Appendixes
(Nonmandatory Information)
X2. Alternative solvent

X2.1 In order to eliminate the chlorobenzene from this test method, an alternative solvent was developed. Cooperative testing was done on samples covering a wide range of types of oils, both new and used, and of additive concentrates used to prepare these oils. Results have shown that the two solvents provide statistically equivalent results; however, the precision of the alternative solvent is worse than the original. Paragraph X2.5.5 describes how to compare results using the two different solvents.

X2.2 Reagents

X2.2.1 Xylenes, mixed (**Warning:** Flammable, Vapor harmful)

X2.2.2 Alternative titration solvent — Add one volume of glacial acetic acid to two volumes of mixed xylenes.

X2.3 Procedure

X2.3.1 Procedure A of this Test Method is followed exactly, except that mixed xylenes replace chlorobenzene and the alternative titration solvent replaces the titration solvent.

NOTE X2.1 The addition of approximately 10% acetone by volume to the alternative titration solvent has been shown to reduce electrode noise and may be used. However, the test method precision using the acetone addition to the alternative titration solvent has not been determined.

X2.4 Report

X2.4.1 Report the result as follows:

Base number (Test Method D2896 – Alternative Solvent, X2) = Result

X2.4.2 Laporkan nilai bilangan basa sampai ketelitian 0,1 mgKOH/g jika kurang dari 100, dan sampai ketelitian 1 mgKOH/g jika lebih besar dari atau sama dengan 100.

X2.5 Presisi dan bias

X2.5.1 Presisi dan bias dari metode uji dengan pelarut alternatif ini ditetapkan dengan cara round robin menggunakan minyak baru dan bekas termasuk konsentrat aditif. Nilai bilangan basa mencakup rentang dari kira-kira 0,5 sampai 400. Analisa statistik dari hasil round robin tersedia dalam laporan penelitian.⁸

X2.5.2 *Repeatability* — Perbedaan antara dua hasil uji, yang diperoleh dari operator yang sama dengan peralatan yang sama dalam kondisi operasi tetap pada material uji sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus:

6,2 % dari rata-rata

CATATAN X2.2 Sebagai bagian dari round robin, sampel dianalisa menggunakan klorobenzena. Repeatability menggunakan klorobenzena dihitung 3,4 % dari rata-rata.

X2.5.3 *Reproducibility* — Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari laboratorium yang berbeda pada material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus:

16,2 % dari rata-rata

CATATAN X2.3 Sebagai bagian dari round robin, sampel dianalisa menggunakan klorobenzena. Reproducibility menggunakan klorobenzena dihitung 8,7 % dari rata-rata

⁸ Data pendukung telah disimpan di Kantor Pusat *ASTM International*, dan bisa diperoleh dengan memesan *Research Report* RR: D02-1345.

X2.4.2 Report the results for base number values less than 100 to 0,1 mg KOH/g, and values 100 or greater to 1 mg/KOH/g.

X2.5 Precision and bias

X2.5.1 The precision and bias of this alternative solvent test method was determined through a round robin using new and used oils as well as additive concentrates. The base number values covered a range from approximately 0.5 to 400. Statistical analysis of round robin results are available in the research report.⁸

X2.5.2 *Repeatability* — The difference between two test results, obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:

6,2 % of the mean

NOTE X2.2 As part of the same round robin, these samples were analyzed using chlorobenzene. The repeatability using chlorobenzene was calculated to be 3,4 % of the mean.

X2.5.3 *Reproducibility* — The difference between two single and independent results obtained by different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only one case in twenty.

16,2 % of the mean

NOTE X2.3 As part of the same round robin, these samples were analyzed using chlorobenzene. The reproducibility using chlorobenzene was calculated to be 8,7 % of the mean

⁸ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:D02-1345.



X2.5.4 Bias relatif — Tidak ada bias sistematis yang terdeteksi antara metode klorobenzena dan metode silena campuran

X2.5.4 Relative bias — No systematic bias was detected between the chlorobenzene and mixed xylenes methods.

X2.5.5 Untuk membandingkan hasil yang diperoleh dengan menggunakan pelarut yang berbeda, sebagai berikut :

X2.5.5 To compare result obtained using different solvents, use the following:

X2.5.5.1 *Repeatability* — Perbedaan antara dua hasil uji, yang diperoleh dari operator yang sama dengan peralatan yang sama dalam kondisi operasi tetap pada material uji sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus:

X2.5.5.1 *Repeatability* — The difference between two test results, obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:

5,0 % dari rata-rata

5,0 % of the mean

X2.5.5.2 *Reproducibility* — Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari laboratorium yang berbeda pada material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus:

X2.5.5.2 *Reproducibility* — The difference between two single and independent results obtained by different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only one case in twenty.

13,0 % dari rata-rata

13,0 % of the mean

Lampiran
(informatif)
X3. Elektrolit alternatif

Appendixes
(Nonmandatory Information)
X3. Alternative electrolyte

X3.1 Penggunaan elektrolit alternatif telah dipelajari pada laboratorium tertentu. Data terbatas pada jenis variasi minyak dan aditif yang menunjukkan bahwa kedua bahan elektrolit alternatif yang dipelajari setara sebagai natrium perklorat dalam asam asetat glasial.

X3.2 Perekasi

X3.2.1 Tetraethylammonium bromide (TEABr).

X3.2.2 Ethylene glycol.

X3.2.3 Elektrolit Tetraethylammonium bromide — Siapkan larutan TEABr 0,4 M dalam ethylene glycol.

X3.2.4 Etanol. (**Peringatan**—mudah terbakar dan beracun, terutama ketika didenaturasi.)

X3.2.5 Lithium chloride, LiCl.

X3.2.6 Elektrolit lithium chloride—Sediakan larutan lithium chloride (LiCl) 1 M – 3 M dalam etanol.

X3.3 Prosedur

X3.3.1 Prosedur A dan B dari metode uji ini diikuti secara tepat, kecuali LiCl dalam etanol atau TEABr dalam *ethylene glycol* digantikan NaClO₄ dalam asam asetat sebagai elektrolit dalam elektroda acuan.

X3.4 Pelaporan

X3.4.1 Laporkan hasilnya sebagai berikut: Bilangan Basa (Metode Uji D2896—elektrolit Alternatif, X3)= Hasil

X3.5 Presisi dan bias

X3.5.1 Presisi dan bias dari elektrolit alternatif tidak ditetapkan. Data awal menunjukkan korelasi yang baik jika dibandingkan dengan data yang diperoleh dari elektrolit perklorat yang ditentukan dalam metode uji ini.

X3.1 The use of alternative electrolytes has been studied in certain laboratories. Limited data on various types of oils and additives have shown that the two alternative electrolytes studied provide statistically equivalent data as sodium perchlorate in glacial acetic acid.

X3.2 Reagents

X3.2.1 Tetraethylammonium bromide (TEABr).

X3.2.2 Ethylene glycol.

X3.2.3 Tetraethylammonium Bromide Electrolyte— Prepare a 0,4 M solution of TEABr in ethylene glycol.

X3.2.4 Ethanol. (**Warning**—Flammable and toxic, especially when denatured.)

X3.2.5 Lithium chloride, LiCl.

X3.2.6 Lithium chloride electrolyte—Prepare a 1 M – 3 M solution of lithium chloride (LiCl) in ethanol.

X3.3 Procedure

X3.3.1 Procedures A and B of this test method are followed exactly, except LiCl in ethanol or TEABr in ethylene glycol replaces NaClO₄ in acetic acid as the electrolyte in the reference electrode.

X3.4 Report

X3.4.1 Report the result as follows: Base Number (Test Method D2896—Alternative Electrolyte, X3) = Result

X3.5 Precision and bias

X3.5.1 The precision and bias of these alternative electrolytes are not established. Preliminary data shows good correlation when compared to the data obtained from the perchlorate electrolyte specified in this test method.

Lampiran (informatif)

X4. Pengecekan unjuk kerja elektroda

X4.1 Alat uji elektroda kinetik mengukur respon kinetik dari elektroda. Elektroda dapat mengkalibrasi dengan *slope* dan *intercept* yang nilainya dapat diterima namun masih tidak memiliki respon cukup baik untuk titrasi. Kecepatan respon dan selanjutnya stabilitas penting untuk elektroda titrasi. Sebuah panduan metode yang dijelaskan di bawah ini yang dapat dilakukan dengan alat pH meter atau titrator untuk membaca milivolt secara terus menerus.

X4.2 Hakekat dari metode ini adalah untuk memeriksa elektroda yang berasal dari sisa dalam larutan air dengan buffer dan mengukur potensi elektroda setelah 30 dan 60 detik. Kecepatannya mencapai titik stabil dalam waktu kurang dari 30 detik dan perubahan kecil dari 30 sampai 60 detik. Gunakan larutan buffer pH 4, pH 7, dan pH 11 untuk memeriksa sesuai kebutuhan.

X4.3 Prosedur untuk melaksanakan uji ini adalah sebagai berikut. Atur titrator atau pH meter untuk membaca milivolt secara kontinyu. Mungkinkan untuk mengaduk larutan buffer pada kecepatan yang sama digunakan untuk titrasi. Biarkan elektroda menjadi stabil selama satu menit dalam air suling atau setara dengan air deionisasi. Pindahkan elektroda dari air ke dalam larutan buffer pH 4, nyalakan stop watch saat buffer menyentuh elektroda. Setelah 30 detik, perhatikan potensialnya. 30 detik kemudian, catat potensialnya lagi. Perbedaan antara dua potensial disebut *drift*. Ulangi prosedur untuk *buffer* pH 7 dan *buffer* pH 11.

X4.4 Hitung *drift* untuk masing-masing tiga buffer. Respon elektroda kemungkinan didapat sebagai berikut:

- (1) $drift < 1$, sangat baik
- (2) $1 < drift < 2$, baik
- (3) $2 < drift < 3$, diterima
- (4) $3 < drift < 4$, dipertanyakan
- (5) $4 > drift$, tidak dapat diterima

Appendixes

(Nonmandatory Information)

X4. Check for electrode performance

X4.1 The kinetic electrode test measures the kinetic response of the electrode. Electrodes can calibrate with acceptable slope and intercept values yet still not have a response good enough for titration. The speed of response and subsequent stability is important for a titration electrode. A manual method is described below which can be carried out with a pH meter or titrator set to read millivolts continuously.

X4.2 The essence of the method is to challenge the electrode coming from rest in a water solution with buffers and measure the potential after 30 and 60 s. A fast electrode reaches a stable point in less than 30 s and changes little from 30 to 60s. Use buffers pH 4, pH 7, and pH 11 for this check as needed.

X4.3 The procedure for carrying out the test is as follows. Set the titrator or pH meter to read millivolts continuously. Have provision for stirring the buffer solution at the same speed used for the titrations. Allow the electrode to stabilize for one minute in distilled or equivalent deionized water. Remove the electrodes from the water and place them in the pH 4 buffer, starting a stop watch at about the moment when the buffer touches the electrode. After 30 s, note the potential. After another 30 s, note the potential again. The difference between the two potentials is termed the drift. Repeat the procedure for pH 7 buffer and pH 11 buffer.

X4.4 Calculate the drift for each of the three buffers. The electrode response may be judges as follows:

- (1) $drift < 1$, excellent
- (2) $1 < drift < 2$, good
- (3) $2 < drift < 3$, acceptable
- (4) $3 < drift < 4$, questionable
- (5) $4 > drift$, unacceptable

X4.5 Perbedaan potensial 60 detik antara buffer pH 4 dan buffer pH 7 nilainya harus lebih besar dari 162 mV, atau 54 mV/pH. Nilai elektroda dengan *slope* kurang dari 54 mV/pH tidak dapat diandalkan untuk titrasi.

X4.5 The difference between the 60-second potentials for pH 4 buffer and pH 7 buffer should be greater than 162 mV, or 54 mV/pH number. Electrodes with a slope less than 54 mV/pH number are not reliable for titration.



**Ringkasan perubahan****Summary of changes**

Sub committee D02.06 telah mengidentifikasi letak perubahan yang dipilih pada standar ini sejak keluaran terakhir, D2896-07a, yang dapat mempengaruhi penggunaan standar ini.

- (1) Memperbaharui 3.1.1.
- (2) Menambahkan laporan angka penting di 15.2 dan X2.4.2.

Subcommittee D02.06 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue, D2896-07a, that may impact the use of this standard.

- (1) Updated 3.1.1.
- (2) Added reporting significant figures in 15.2 and X2.4.2.

